

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑪ **DE 3630483 A1**

⑤ Int. Cl. 4:  
**B04B 5/04**  
B 04 B 15/02  
B 04 B 13/00

⑳ Aktenzeichen: P 36 30 483.2  
㉒ Anmeldetag: 8. 9. 86  
㉔ Offenlegungstag: 4. 6. 87

Behördeneigenthum

DE 3630483 A1

③⑩ Unionspriorität: ③② ③③ ③①  
02.12.85 DD WP B 04 B/283 460

⑦① Anmelder:  
VEB Kombinat Medizin- und Labortechnik Leipzig,  
DDR 7033 Leipzig, DD

⑦② Erfinder:  
Baumert, Dieter, DDR 8252 Coswig, DD

⑤④ Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen. Ihr Ziel ist, die Temperierzeit zu verkürzen, den Energieverbrauch zu senken, sofortige Zentrifugationen zu ermöglichen, den apparativen Aufwand zu senken und eine hohe Temperaturgenauigkeit zu gewährleisten. Ihr lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Temperierung in der Zentrifuge zu entwickeln. Erfindungsgemäß ist vorgesehen: Der Rotor wird in die Zentrifuge eingesetzt. Die Differenz der Solltemperatur und der Ausgangstemperatur des Rotors wird gebildet und gespeichert. Der Zentrifugenantrieb und das Kälte-Wärme-Aggregat, nicht aber der Vakuumerzeuger, werden in Betrieb genommen. Die Rotoroberflächentemperatur und die Kesselmanteltemperatur werden simultan laufend gemessen und ihre Differenz über die Zeit integriert. Das so gebildete Integral wird mit einem rotorspezifischen Faktor multipliziert. Dieses Produkt wird laufend mit der Differenz zwischen Solltemperatur und Ausgangstemperatur verglichen, und bei Gleichheit wird der Zentrifugenantrieb abgeschaltet und der Vakuumerzeuger in Betrieb gesetzt.

DE 3630483 A1

1. Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen mit Eingabe der Solltemperatur und Erfassung der Ausgangstemperatur des Rotors, dadurch gekennzeichnet, daß der Rotor (1) in die Zentrifuge eingesetzt wird, die Differenz der Solltemperatur ( $T_{Sol}$ ) und der Ausgangstemperatur ( $T_o$ ) des Rotors (1) gebildet und gespeichert wird, der Zentrifugenantrieb (3) und das Kälte-Wärme-Aggregat (4), nicht aber der Vakuumerzeuger (6), in Betrieb genommen werden, die Rotoroberflächentemperatur ( $T(r, t)$ ) und die Kesselmanteltemperatur ( $T_w(t)$ ) simultan laufend gemessen und ihre Differenz über die Zeit ( $t$ ) integriert werden, das so gebildete Integral mit einem rotorspezifischen Faktor ( $K_R$ ) multipliziert wird, dieses Produkt ständig mit der Differenz zwischen Solltemperatur ( $T_{Sol}$ ) und der Ausgangstemperatur ( $T_o$ ) des Rotors (1) verglichen wird und bei Gleichheit der Werte der Zentrifugenantrieb (3) abgeschaltet und der Vakuumerzeuger (6) in Betrieb gesetzt werden.

2. Verfahren zur Temperierung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Langzeitintegration durch eine vorbestimmte Anzahl ( $n$ ) aufeinanderfolgender Kurzzeitintegrationen realisiert ist, das mit dem rotorspezifischen Faktor ( $K_R$ ) multiplizierte Integral maximal einen vorbestimmten Wert ( $A$ ) annimmt, der ein Bruchteil der Differenz zwischen Solltemperatur ( $T_{Sol}$ ) und Ausgangstemperatur ( $T_o$ ) des Rotors ist, die Kurzzeitintegrationen gezählt werden, ihre Anzahl ( $n$ ) mit der vorbestimmten Anzahl ( $n$ ) verglichen und bei Gleichheit der Temperiertvorgang beendet wird.

#### Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren von Ultrazentrifugen. Ultrazentrifugen werden heute in vielen Labors der Forschung, Medizin und Industrie zur Trennung von Teilchensuspensionen oder -gemischen mit relativ niedrigen Molekulargewichten eingesetzt.

Alle bekannten Ultrazentrifugen sind mit einem Temperaturregelsystem zum Temperieren der Rotoren ausgerüstet. Die Temperaturkonstanz spielt besonders bei biologischen Substanzen zur Gewährleistung physiologisch aktiver Bedingungen und bei analytischen Arbeiten eine wichtige Rolle. Da die Wärmeleitung infolge des Vakuums sehr gering ist und nur durch Wärmestrahlung erfolgt, würde das alleinige Temperieren in der Zentrifuge zu viel Zeit und Energie beanspruchen. Deshalb wird die Temperierung bei größeren Abweichungen zwischen Soll- und Ausgangstemperaturen der Rotoren, was bei biologisch aktiven Substanzen stets der Fall ist, in zwei Schritten durchgeführt: die Vortemperierung der Rotoren außerhalb der Zentrifugen in Kühlschränken und die Feinregelung in der laufenden Zentrifuge unter Vakuum. Diese Verfahrensweise ist allen bekannten Ultrazentrifugen eigen, z. B. "UP 65" des VEB MLW Medizintechnik Leipzig, DD, "L 8 M" der Fa. Beckman, US, "Centricon T - 2070" der Fa. Kontron, CH, und "SCP 70 - H" der Fa. Hitachi, JP. Sie setzt das Vorhandensein von Kühlschränken voraus. Insgesamt ist die Temperierzeit der Rotoren groß, wobei der weitestgehend größere Zeitbedarf in der Vortemperierung anfällt. Die Energiebilanz ist zwar günstiger als bei alleiniger Temperierung in der Zentrifuge (geringere Laufzeit der

Zentrifuge), aber immer noch unbefriedigend.

Wegen der erforderlichen Vortemperierung ist die sofortige Zentrifugation von Probengut unmöglich. Eine Vortemperierung auf "Abruf" einer Anzahl Rotoren für Probengut mit unterschiedlichen Solltemperaturen ist kaum durchführbar und sinnvoll.

Außerdem beinhaltet diese Verfahrensweise die Temperaturgenauigkeit beeinträchtigende Faktoren: die Überführung der Rotoren aus den Kühlschränken in die Zentrifuge, das Einbringen des Probengutes in die Probenbecher und die Anlaufphase der Zentrifuge ohne Vakuum. Durch diese Faktoren ist die Ausgangstemperatur des Rotors nicht sicher definiert. Die Anzeige der indirekt gemessenen Oberflächentemperatur des Rotors repräsentiert nicht mit hoher Sicherheit die tatsächliche Temperatur des Probengutes.

Die Erfindung hat den Zweck, die Temperierzeit zu verkürzen, den Energieverbrauch für die Temperierung zu senken, sofortige Zentrifugation von Probengut zu ermöglichen, den apparativen Aufwand für die Temperierung zu senken und eine hohe Temperaturgenauigkeit zu gewährleisten.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Temperierung der Rotoren in der Zentrifuge zu entwickeln.

Die Lösung dieser Aufgabe schließt als bekannt die Eingabe der Solltemperatur in die Zentralsteuerung und die Erfassung der Ausgangstemperatur des Rotors ein. Erfindungsgemäß ist vorgesehen:

Der Rotor wird in die Zentrifuge eingesetzt. Die Differenz der Solltemperatur und der Ausgangstemperatur des Rotors wird gebildet und gespeichert.

Der Zentrifugenantrieb und das Kälte-Wärme-Aggregat, nicht aber der Vakuumerzeuger, werden in Betrieb genommen. Die Rotoroberflächentemperatur und die Kesselmanteltemperatur werden simultan laufend gemessen und ihre Differenz über die Zeit integriert. Das so gebildete Integral wird mit einem rotorspezifischen Faktor multipliziert. Dieses Produkt wird laufend mit der Differenz zwischen Solltemperatur und der Ausgangstemperatur der Rotors verglichen und bei Gleichheit der Werte werden der Zentrifugenantrieb abgeschaltet und der Vakuumerzeuger in Betrieb gesetzt.

Die Erfindung soll nachstehend anhand von zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden:

#### Ausführungsbeispiel 1:

In der zugehörigen Zeichnung zeigen

Fig. 1 das Signallaßschema dieses Beispiels

Fig. 2 den Zeitverlauf der maßgeblichen Temperaturen

Fig. 3 den Temperaturverlauf im Rotor.

Das dargestellte Signallaßschema beinhaltet zur Verdeutlichung der Zusammenhänge auch wichtige Strukturelemente einer Ultrazentrifuge: den Rotor 1, den Rotorkessel 2, den Antriebsmotor 3, das Kälte-Wärme-Aggregat 4 mit den Kühl-Heiz-Schlangen 5 um den Rotorkessel 2, die Vakuumpumpe 6, die Zentralsteuerung 7, die Eingabeeinrichtung 8, den Strahlungsdetektor 9 für die Rotoroberflächentemperatur und den Rotorkennungsdetektor 10.

Vor Auslösung der Temperierphase wird die zu erreichende Solltemperatur  $T_{Sol}$  in die Eingabeeinrichtung 8 analog oder digital eingegeben und gespeichert. In einem Speicher 11 sind rotorspezifische Faktoren  $K_R$  abgespeichert, die den jeweiligen Rotorkennungen zugeordnet sind. Dieser nicht flüchtige Speicher 11 kann entfal-

len, wenn der jeweilige rotorspezifische Faktor  $K_R$  analog der Solltemperatur  $T_0$  eingegeben und gespeichert wird.

Mit Auslösung der Temperierphase wird durch die Zentralsteuerung 11 der Antriebsmotor 3 in Betrieb gesetzt. Der Rotor 1 beginnt zu rotieren. Zwischen dem abgespeicherten Temperatursollwert  $T_{Soll}$  und dem in diesem Moment vom Strahlungsdetektor 9 erfaßten Ausgangstemperaturwert  $T_0$  wird im Differenzbildner 12 die Differenz gebildet und in einem zugehörigen Speicher als Referenzsignal abgespeichert. Ein Komparator 13 überprüft, ob dieses Referenzsignal (a) größer Null, (b) gleich Null oder (c) kleiner Null ist. In Abhängigkeit vom Resultat dieser Prüfung wird durch die Zentralsteuerung 7 die Betriebsart des Wärme-Kälte-Aggregats 4 eingestellt und danach das Aggregat mit maximaler Leistung in Betrieb genommen. Im Fall (a) wird die Kesselwand beheizt, im Fall (c) gekühlt. Fig. 2 stellt den Fall (c) dar. Im Fall (b) wird durch die Zentralsteuerung die Temperierphase beendet. Mittels der vom Detektor 10 abgetasteten Rotorkennung wird im Speicher 11 der rotorspezifische Faktor  $K_R$  ausgewählt. Nach Inbetriebnahme des Wärme-Kälte-Aggregats 4 wird in einem weiteren Differenzbildner 14 die mit dem rotorspezifischen Faktor  $K_R$  multiplizierte Differenz zwischen der von einem Fühler 15 erfaßten Kesselmanteltemperatur  $T_W(t)$  und der vom Strahlungsdetektor 9 erfaßten Rotoroberflächentemperatur  $T(r_0, t)$  gebildet:  $K_R(T_W - T_{R0})$ . Der nachgeschaltete Integrator 16 bildet das Zeitintegral über die faktorierte, kontinuierlich erfaßte Temperaturdifferenz:

$$K_R \int_0^t (T_W - T_{R0}) dt$$

Als rotorspezifischer Faktor  $K_R$  wird die Beziehung

$$K_R = \frac{v}{F} \cdot \frac{1}{m} \cdot \frac{\lambda}{l} \cdot 12 \pi$$

benutzt, wobei mit  $V$  das Rotorvolumen, mit  $m$  die Rotormasse, mit  $F$  die Rotoroberfläche, mit  $\lambda$  die spezifische Wärmeleitfähigkeit und mit  $c$  die spezifische Wärmekapazität des Rotormaterials bezeichnet werden.

Im Komparator 13 wird geprüft, ob das Integral noch kleiner als das im Differenzbildner 12 gebildete Signal ( $T_{Soll} - T_0$ ) ist. Solange die Prüfung positiv ausgeht, laufen der beschriebene Temperiervorgang und der Signalverarbeitungsvorgang ungestört weiter ab. Wird zu einem Zeitpunkt  $t_{end}$  festgestellt, daß das Ausgangssignal des Komparators 13 nicht mehr kleiner als das Ausgangssignal des Differenzbildners 12 ist, wird der Temperiervorgang beendet, indem die Zentralsteuerung 7 die Vakuumpumpe 6 einschaltet und dadurch die Rotorkammer evakuiert wird. Ist ein bestimmter Unterdruck erreicht, löst die Zentralsteuerung 7 das Abbremsen des Antriebsmotors 3 und damit des Rotors 1 aus. Nach Stillstand des Rotors 1 wird die Rotorkammer wieder belüftet.

Die mitgenannte Funktionsstruktur der Signalverarbeitung beinhaltet nur die idealisierte Darstellung der Struktur ihrer Schaltung, nicht aber deren konkrete Ausführung. Letztere kann im wesentlichen auf programmierte Mikrorechentechnik aufgebaut sein. Sie ist nicht Gegenstand der Erfindung. Das beschriebene Verfahren bewirkt auf folgende Art und Weise eine Rotor-

temperierung:

Durch den Aufbau eines großen Temperaturgefälles

zwischen Rotoroberfläche und Kesselwand und durch Erzeugung einer großen Wärmekonvektion zwischen beiden entsteht ein großer Wärmestrom durch die Rotoroberfläche. Dies wird realisiert, indem die Kesselwand mit maximaler Leistung vom Beginn der Temperierung an beheizt oder gekühlt und die Luftschicht zwischen Kesselwand und Rotoroberfläche durch Rotieren des Rotors mit einer dafür optimalen Drehzahl stark verwirbelt wird. Vor Beginn des Temperiervorganges wird die zum Erreichen der Solltemperatur  $T_{Soll}$  des Rotors notwendige, auf den Rotor zu übertragende oder vom Rotor zu entziehende Wärmemenge in Abhängigkeit von der Rotorausgangstemperatur  $T_0$  und der Solltemperatur  $T_{Soll}$  ermittelt. Während des Temperiervorganges wird über die Rotoroberflächentemperatur  $T_{R0}$  und die Kesselmanteltemperatur  $T_W$  die übertragene oder entzogene Wärmemenge indirekt erfaßt. Entspricht die so erfaßte Wärmemenge der am Anfang ermittelten notwendigen Wärmemenge, wird die Konvektion wieder auf ein Minimum, z. B. durch Evakuieren der Rotorkammer und Abbremsung des Rotors bis zu seinem Stillstand, reduziert.

Durch die Einbeziehung des rotorspezifischen Faktors  $K_R$  in die Ermittlung der bereits auf den Rotor übertragenen oder von ihm abgeführten Wärmemenge wird der sich während der Temperierung im Rotor ausbildende Temperaturgradient berücksichtigt. Er verschwindet nach Beendigung des Temperiervorganges. Fig. 3 zeigt den Temperaturverlauf im Rotor in Abhängigkeit vom Abstand  $r$  von der Rotorachse für den Ausgangszustand  $a$ , einen Zeitpunkt  $b$  während des Temperierens, den Endzustand  $d$  und den Zustand  $c$  nach Temperaturengleich im Rotor.

#### Ausführungsbeispiel 2:

In der zugehörigen Zeichnung zeigen:

Fig. 4 das Signallaßschema dieses Beispiels

Fig. 5 den Zeitverlauf der maßgeblichen Temperaturen.

Dieses Beispiel unterscheidet sich von dem vorstehenden Beispiel dadurch, daß die Langzeitintegration über die Zeit von 0 bis  $t_{end}$  im Integrator 16 realisiert wird durch eine Vielzahl von aufeinanderfolgenden Kurzzeitintegrationen über die variablen Zeitelemente  $\Delta t$ . Die Größe der Zeitelemente  $\Delta t$  wird dadurch festgelegt, daß das mit dem rotorabhängigen Faktor  $K_R$  multiplizierte Integral der kontinuierlich im Differenzbildner 14 gebildeten Differenz zwischen der Kesselmanteltemperatur  $T_W(t)$  und der Rotoroberflächentemperatur  $T(r_0, t)$  über das Zeitelement  $\Delta t$  immer einen konstanten Wert  $A$  ergibt. Die Größe von  $A$  wird durch die angestrebte Temperaturgenauigkeit festgelegt und ist in der Schaltung fest abgespeichert oder wird über die Eingabeeinrichtung 8 eingegeben. Sie ist stets ein Bruchteil von  $T_{Soll} - T_0$ . Im Differenzbildner 17 wird im Moment des Temperierbeginns neben der für die Wahl der Betriebsweise des Wärme-Kälte-Aggregats 4 notwendigen Größe  $T_{Soll} - T_0$  der ganzzahlig gerundete Quotient

$$n = \frac{T_{Soll} - T_0}{A}$$

gebildet. Diese Zahl  $n$  wird nur zur weiteren Verwendung abgespeichert. Der Wert des Integrals vom Integrator 18 wird in einem Komparator 19 mit der konstanten Größe  $A$  verglichen. Entspricht der Wert des fakto-

rierten Integrals genau dem Wert  $A$ , wird die Integration abgebrochen, der Wert gelöscht und die Integration über das nächste Zeitelement  $\Delta t_i$  ausgelöst. Der erfolgte Integrationsabbruch wird in einem Zähler 20 registriert. Der Zählerstand  $n'$  dieses Zählers wird in einem weiteren Komparator 21 mit dem Signal für die Zahl  $n$  verglichen. Entspricht der Zählerstand  $n'$  der Zahl  $n$ , wird der Temperiertvorgang analog dem Ausführungsbeispiel 1 abgebrochen.

#### Aufstellung der verwendeten Bezugszeichen

1 Rotor	
2 Rotorkessel	
3 Antriebsmotor	
4 Kälte-Wärme-Aggregat	15
5 Kühl-Heiz-Schlangen	
6 Vakuumpumpe	
7 Zentralsteuerung	
8 Eingabeeinrichtung	20
9 Strahlungsdetektor	
10 Rotorkennungsdetektor	
11 Speicher	
12 Differenzbildner	
13 Komparator	25
14 Differenzbildner	
15 Fühler der Kesselmanteltemperatur	
16 Integrator	
17 Differenzbildner	
18 Integrator	30
19 Komparator	
20 Zähler	
21 Komparator	
$A$ Konstanter Integrationswert	
$K_R$ rotorspezifischer Faktor	35
$n$ Anzahl der Kurzzeitintegrationen	
$n'$ Zählerstand	
$T_o$ Rotorausgangstemperatur	
$T_{Soll}$ Solltemperatur	
$T(r_o, t); T_{Ro}$ Rotoroberflächentemperatur	40
$T_w(t); T_w$ Kesselmanteltemperatur	
$t$ Zeit	
$t_{end}$ Endpunkt des Temperiertvorganges	
$\Delta t_i$ Zeitelement	45

50

55

60

65

Nummer:  
Int. Cl.4:  
Anmeldetag:  
Offenlegungstag:

36 30 483  
B 04 B 5/04  
8. September 1986  
4. Juni 1987

363.0483

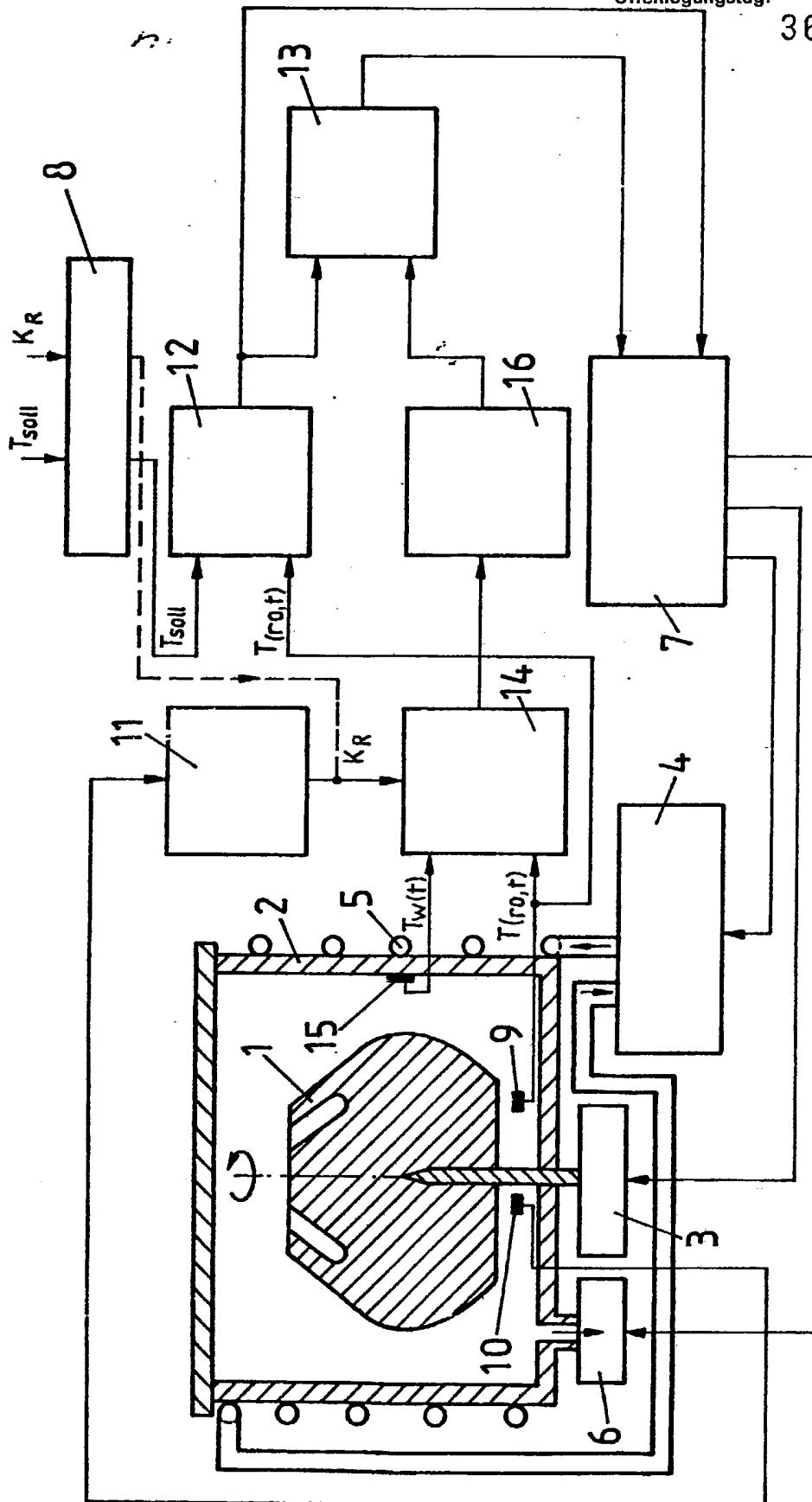


Fig.1

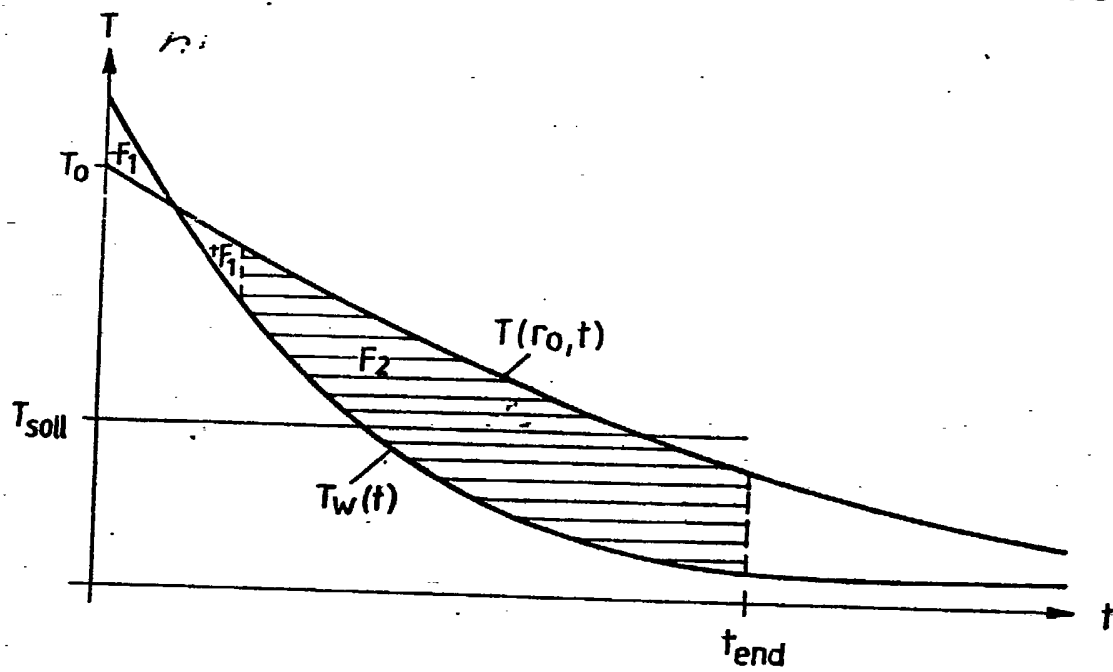


Fig.2

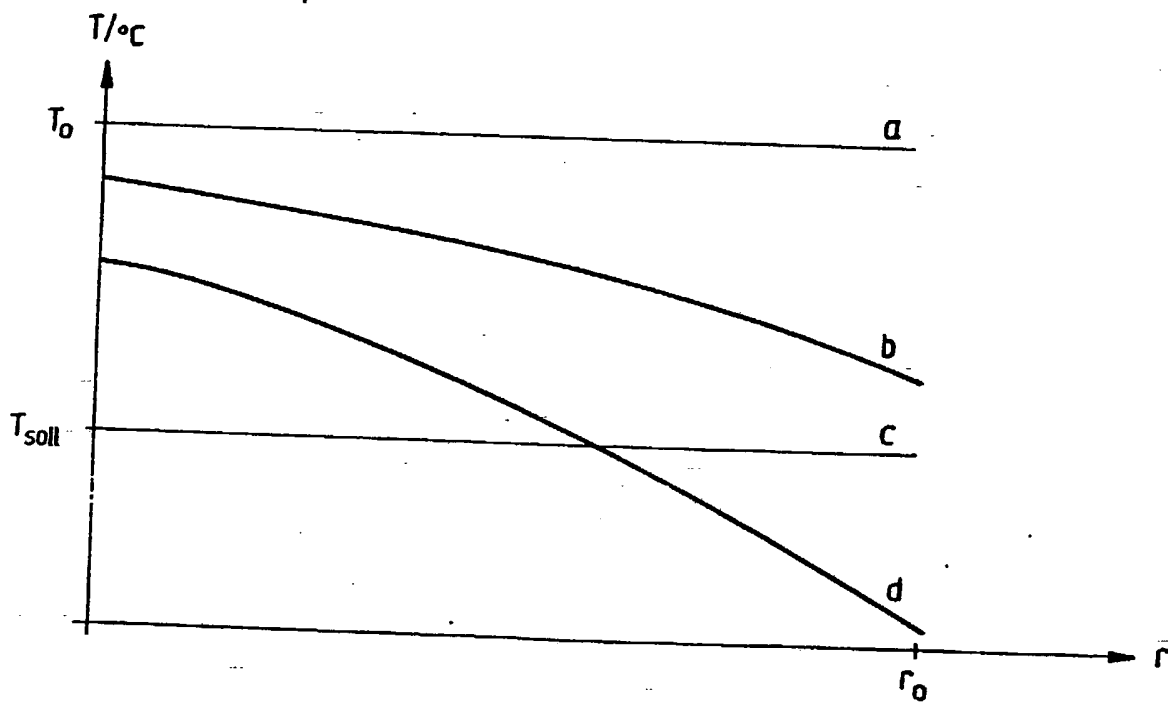


Fig.3

3630483

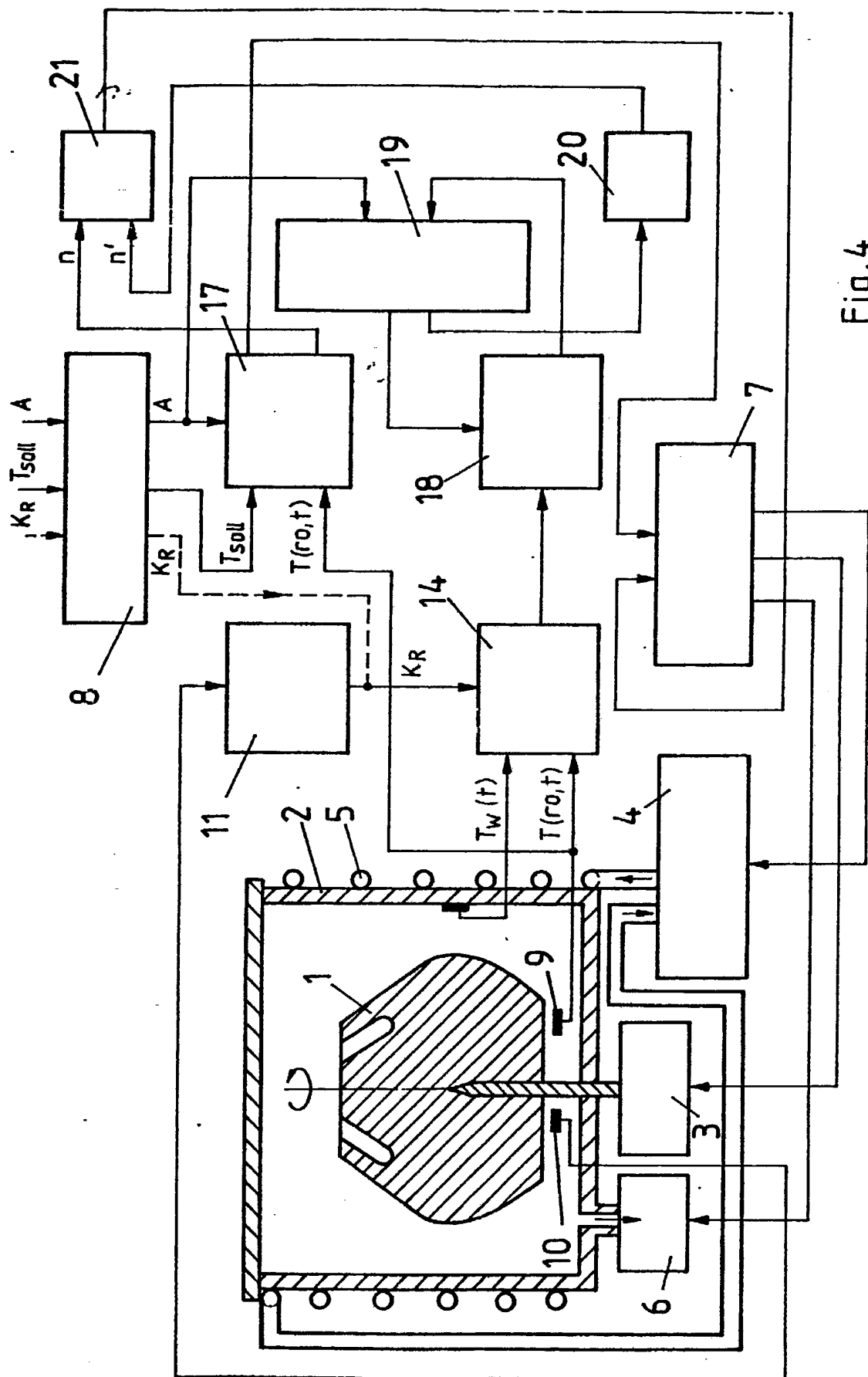


Fig.4

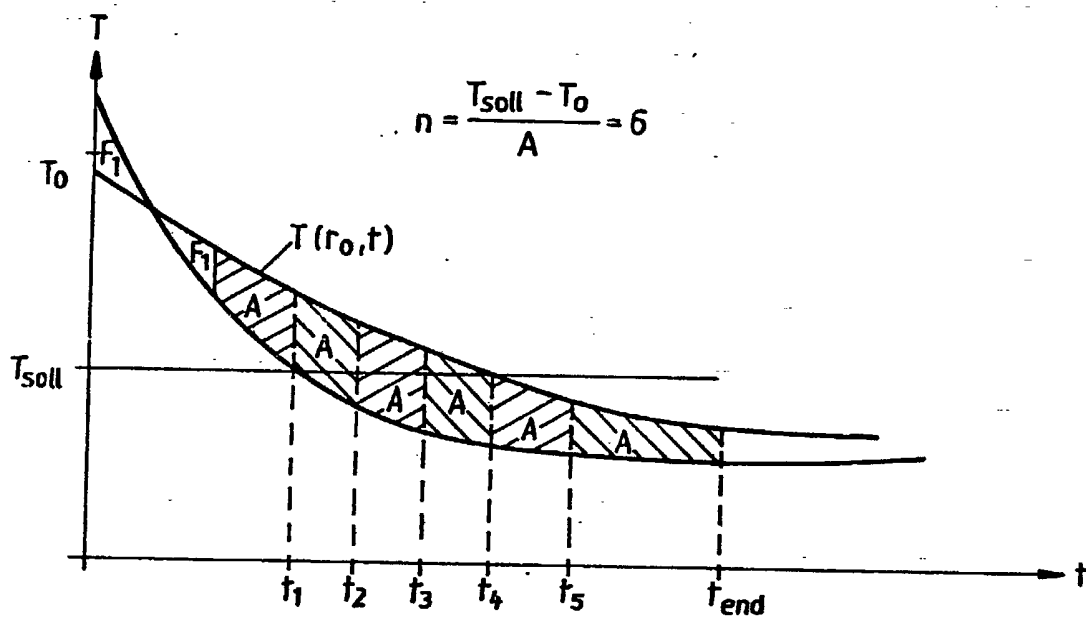


Fig.5



PUB-NO: DE003630483A1

DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 3630483 A1

TITLE: Method for controlling the  
temperature of the rotors of  
ultracentrifuges

PUBN-DATE: June 4, 1987

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

BAUMERT, DIETER

COUNTRY

DD

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

MEDIZIN LABORTECHNIK VEB K

COUNTRY

DD

APPL-NO: DE03630483

APPL-DATE: September 8, 1986

PRIORITY-DATA: DD28346085A ( December 2, 1985)

INT-CL (IPC): B04B005/04, B04B015/02 , B04B013/00

EUR-CL (EPC): B04B013/00 ; B04B015/02, B04B015/08

US-CL-CURRENT: 494/16

ABSTRACT:

CHG DATE=19990617 STATUS=O> The invention relates to a method for controlling the temperature of the rotors of ultracentrifuges. Its aim is to shorten the temperature-control time, to reduce the energy consumption, to allow immediate centrifuging, to reduce the expenditure in terms of apparatus

and to guarantee a high temperature accuracy. It was based on the object of developing a method for controlling the temperature in the centrifuge.

According to the invention, it is provided that the rotor is inserted in the centrifuge; the difference between the reference temperature and the starting temperature of the rotor is formed and stored; the centrifuge drive and the heating/cooling assembly are started up, but not the vacuum generator; the temperature of the rotor surface and the temperature of the outer surface of the vessel are measured constantly and simultaneously and their difference is integrated over time; the integral thus formed is multiplied by a factor specific to the rotor; this product is constantly compared to the difference between the reference temperature and the starting temperature; and if they are the same, the centrifuge drive is switched off and the vacuum generator is started up.